

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-265620

(43)Date of publication of application : 18.09.2002

(51)Int.Cl.

C08J 3/12  
A61K 7/00  
A61K 7/02  
C08K 5/00  
C08L 33/04

(21)Application number : 2001-066923

(71)Applicant : SEKISUI PLASTICS CO LTD

(22)Date of filing : 09.03.2001

(72)Inventor : MOTOMURA TAKASHI

(54) WET MATERIAL OF (METH)ACRYLIC ACID ESTER-BASED RESIN PARTICLE,  
METHOD FOR PRODUCING THE SAME AND EXTERNAL PREPARATION

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a resin having excellent dispersibility, capable of providing an external preparation with an excellent feeling such as soft feeling, spreadability, softness, etc.

SOLUTION: This wet material of (meth)acrylic acid ester-based resin particle is obtained by adding 5-100 pts.wt. of an aqueous solution of an organic solvent to 100 pts.wt. of a crosslinked (meth)acrylic acid ester-based resin particle having 0.01-0.6 kgf/mm<sup>2</sup> compression strength at 10% deformation. This external preparation comprises the wet material.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

18.06.2003

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

Best Available Copy

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号  
特開2002-265620  
(P2002-265620A)

(43) 公開日 平成14年9月18日 (2002.9.18)

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テームコード (参考)
C 0 8 J 3/12	CEY	C 0 8 J 3/12	CEYZ 4 C 0 8 3
A 6 1 K 7/00		A 6 1 K 7/00	J 4 F 0 7 0
			A 4 J 0 0 2
			M
	7/02	7/02	
C 0 8 K 5/00		C 0 8 K 5/00	
審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 12 頁) 最終頁に続く			

(21) 出願番号 特願2001-66923(P2001-66923)

(22) 出願日 平成13年3月9日 (2001.3.9)

(71) 出願人 000002440

積水化成工業株式会社

大阪市北区西天満二丁目4番4号

(72) 発明者 本村 隆司

滋賀県甲賀郡水口町大字泉1259番地

(74) 代理人 100065248

弁理士 野河 信太郎

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 (メタ) アクリル酸エステル系樹脂粒子湿潤物およびその製造方法、ならびに外用剤

(57) 【要約】

【課題】 分散性に優れ、かつソフト感、伸び、滑らかさ等の良好な感触を外用剤に付与できる樹脂を得ることを課題とする。

【解決手段】 10%変形時の圧縮強度が0.01~0.6kgf/mm<sup>2</sup>である架橋(メタ)アクリル酸エステル系樹脂粒子100重量部に、有機溶剤水溶液5~100重量部を含有させてなることを特徴とする(メタ)アクリル酸エステル系樹脂粒子湿潤物および該湿潤物を配合してなる外用剤により、上記の課題を解決する。

(2)

特開2002-265620

1

2

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 10%変形時の圧縮強度が0.01～0.6kgf/mm<sup>2</sup>である架橋（メタ）アクリル酸エステル系樹脂粒子100重量部に、有機溶剤水溶液5～100重量部を含有させてなることを特徴とする（メタ）アクリル酸エステル系樹脂粒子湿潤物。

【請求項2】 有機溶剤水溶液中の有機溶剤の濃度が1～50重量%である請求項1に記載の（メタ）アクリル酸エステル系樹脂粒子湿潤物。

【請求項3】 有機溶剤が、一価または多価アルコール、エステル、ケトンから選ばれた請求項1または2に記載の（メタ）アクリル酸エステル系樹脂粒子湿潤物。

【請求項4】 10%変形時の圧縮強度が0.01～0.6kgf/mm<sup>2</sup>である架橋（メタ）アクリル酸エステル系樹脂粒子を水性媒体中で生成させ、次いで行われる固液分離の工程中および／または工程後に、前記樹脂粒子に水溶性有機溶剤またはその水溶液を添加することを特徴とする請求項1～3のいずれかに記載の（メタ）アクリル酸エステル系樹脂粒子湿潤物の製造方法。

【請求項5】 請求項1～3のいずれかに記載の（メタ）アクリル酸エステル系樹脂粒子湿潤物を配合してなる外用剤。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、（メタ）アクリル酸エステル系樹脂粒子湿潤物およびその製造方法、ならびに該湿潤物を配合した外用剤に関する。さらに詳しくは、水、もしくは有機溶媒等の液体、または無機もしくは有機系の粉体に容易に、かつ良好に分散する（メタ）アクリル酸エステル系樹脂粒子湿潤物およびその製造方法、ならびに該湿潤物を配合した使用感の滑らかな外用剤に関する。

【0002】

【従来の技術と発明が解決しようとする課題】化粧用粉体を含有する化粧料としては、ファンデーション、白粉、頬紅、アイシャドー等のメイクアップ化粧品、ボディパウダー、ベビーパウダー等のボディ化粧品、フレッシュローション、アフターフレッシュローション、ボディローション等のローションなどが広く使用されている。

【0003】これらの化粧料には、肌上での伸びや感触を向上させ、乾燥し効果等の機能を付与することを目的として、ナイロン粒子、ポリメタクリル酸メチル粒子、架橋ポリスチレン粒子、シリコン粒子、ウレタン粒子、ポリエチレン粒子等の樹脂粒子や、シリカ粒子のような無機粒子が化粧用粉体として配合されている。

【0004】しかしながら、ポリメタクリル酸メチル粒子、架橋ポリスチレン粒子およびシリカ粒子は、化粧料に優れた伸びを付与するという点で満足のいくものではあるが、その反面、ソフトな感触、滑らかな感触を付与

するという点では不十分であった。また、ナイロン粒子、シリコン粒子は滑らかな感触を付与できるが、ソフトな感触を付与するという点では不十分であり、またポリエチレン粒子はソフトな感触を付与できるが滑らかな感触を付与するという点では不十分であり、またウレタン粒子はソフトな感触を付与できるが、その製造方法が特殊であり、高価なものであるゆえに、産業上は不向きという問題があった。

【0005】このような問題に対して、化粧料に優れたソフト感を与え、一般的な懸濁混合法で比較的に安価に得られる（メタ）アクリル酸エステル系樹脂からなる軟質粒子が提案されているが、軟質粒子自体が軟らかくなればなるほど粒子表面の粘性が強くなり、粒子同士が台着するため、化粧料等への配合が困難であった。

【0006】また、特定の圧縮強度を有する（メタ）アクリル酸エステル系樹脂からなる軟質粒子の表面に無機粒子および／または有機粒子を付着させて粒子同士の台着を防止した軟質粒子を配合した化粧料も提案されている（特開2000-186017号公報および特開2000-302624号公報）。しかしながら、このような化粧料は、良好な伸びと感触を有するが、まだ満足できるものではなく、より一層優れた伸び、滑らかさ、ソフト感などの感触を併せもつ化粧料がなお求められている。

【0007】本発明は、無機粒子および／または有機粒子が表面に付着していない粒子自体を化粧料等に配合することにより、より優れた分散性、伸び、滑らかさ、ソフト感などの感触を化粧料に付与できる、そのような粒子を提供することを課題とする。

【0008】

【課題を解決するための手段】そこで本発明者は、上記の課題を解決すべく鋭意研究した結果、特定の圧縮強度を有する架橋（メタ）アクリル酸エステル系樹脂粒子に、特定量の有機溶剤水溶液を含有させてなる湿潤物が、液体や粉体等に混合した際、容易に、かつ良好に分散することを見出した。さらに、該湿潤物を、クリーム、軟膏、乳剤等の外用剤に配合することにより、外用剤に伸び、ソフト感および滑らかさ等の優れた感触が付与されることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0009】かくして、本発明によれば、10%変形時の圧縮強度が0.01～0.6kgf/mm<sup>2</sup>である架橋（メタ）アクリル酸エステル系樹脂粒子（以下、「樹脂粒子」と略称する）100重量部に、有機溶剤水溶液5～100重量部を含有させてなることを特徴とする（メタ）アクリル酸エステル系樹脂粒子湿潤物（以下、「樹脂粒子湿潤物」と略称する）が提供される。

【0010】また、本発明によれば、10%変形時の圧縮強度が0.01～0.6kgf/mm<sup>2</sup>である架橋（メタ）アクリル酸エステル系樹脂粒子を水性媒体中で生成させ、次いで行われる固液分離の工程中および／ま

(3)

特開2002-265620

3

たは工程後に、前記樹脂粒子に水溶性有機溶剤またはその水溶液を添加することを特徴とする樹脂粒子湿潤物の製造方法が提供される。さらに、本発明によれば、上記の樹脂粒子湿潤物を配合してなる外用剤が提供される。

【0011】

【発明の実施の形態】本発明の樹脂粒子湿潤物は、特定の圧縮強度を有する樹脂粒子に、特定量の有機溶剤水溶液を含有させたものである。なお、ここでいう（メタ）アクリル酸とは、アクリル酸およびメタクリル酸の両方を含む概念である。また、樹脂粒子湿潤物とは、少なくとも樹脂粒子中に有機溶剤水溶液を含むものをいい、その粒子の表面にも有機溶剤水溶液が付着していてもよい。

【0012】架橋（メタ）アクリル酸エステル系樹脂粒子は、10%変形時の圧縮強度が0.01~0.6kgf/mm<sup>2</sup>であり、好ましくは0.1~0.4kgf/mm<sup>2</sup>である。圧縮強度が0.01kgf/mm<sup>2</sup>を下回ると、得られる樹脂粒子湿潤物を外用剤に配合した場合、樹脂粒子の感触が感じられないため、外用剤の感触（例えば、ソフト感や伸び）を向上させることができず、好ましくない。また、圧縮強度が0.60kgf/mm<sup>2</sup>を上回ると、逆に樹脂粒子の感触が従来の樹脂粒子と同様に硬く感じられるようになり、十分なソフト感を外用剤に付与することができないため好ましくない。

【0013】なお、ここでいう圧縮強度は、島津製作所（株）製の微小圧縮試験機HCTM200を使用して測定した値である。具体的には、樹脂粒子1個を一定の荷重速度で1gfの荷重まで圧縮試験を行った場合に、粒子径が10%変形した時の荷重と圧縮前の粒子径とを次式に代入して得られる値である。

$$\text{圧縮強度 (kgf/mm}^2\text{)} = 2.8 \times \text{荷重 (kgf)} / \{ \pi \times \text{粒子径 (mm)} \times \text{粒子径 (mm)} \}$$

【0014】本発明における樹脂粒子の平均粒子径は、0.5~800μm程度が好ましい。0.5μmを下回ったり、あるいは800μmを上回ったりすると、得られる樹脂粒子湿潤物を例えば外用剤に配合したときに、外用剤の感触を向上させ難いので好ましくない。

【0015】本発明における樹脂粒子は、架橋性単量体の存在下、（メタ）アクリル酸エステル系単量体を水性媒体中で重合することにより得ることができる。

【0016】（メタ）アクリル酸エステル系単量体としては、油溶性のものが好ましく、（メタ）アクリル酸とエステル結合を形成する置換基の炭素数が1~12の（メタ）アクリル酸エステル系単量体が好ましい。具体的には、例えばアクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸n-ブチル、アクリル酸イソブチル、アクリル酸2-エチルヘキシル、アクリル酸ラウリル等のアクリル酸エステルや、メタクリル酸メチル、メタクリル酸エチル、メタクリル酸プロピル、メタクリル酸n-ブチル、メタクリル酸イソブチル、メタクリル酸2-エチル

4

ヘキシル、メタクリル酸ラウリル等のメタアクリル酸エステル等が挙げられる。中でも、炭素数が1~8のアクリル酸エステルが好ましい。これらの（メタ）アクリル酸エステル系単量体は、2種以上を組合わせて用いてもよい。（メタ）アクリル酸エステル系単量体を2種以上組合せて用いる場合は、炭素数が1~8のアクリル酸エステルを50~99.5重量%の割合で単量体中に含むものが好ましい。

【0017】なお、得られる樹脂粒子湿潤物の性能が低下しない範囲であれば、（メタ）アクリル酸エステル系単量体と共重合可能な単量体、例えばスチレン、p-メチルスチレン、α-メチルスチレン、酢酸ビニル等のビニル基を有する他の単量体を一種以上併用してもよい。

【0018】架橋性単量体としては、ビニル基を複数個有するものであれば特に限定されず、例えばエチレングリコールジ（メタ）アクリレート、ジエチレングリコールジ（メタ）アクリレート、トリエチレングリコールジ（メタ）アクリレート、デカエチレングリコールジ（メタ）アクリレート、ペンタデカエチレングリコールジ（メタ）アクリレート、ペンタコンタヘクタエチレングリコールジ（メタ）アクリレート、1,3-ブチレングリコールジ（メタ）アクリレート、1,4-ブタンジオールジ（メタ）アクリレート、1,6-ヘキサジオールジ（メタ）アクリレート、グリセリンジ（メタ）アクリレート、メタクリル酸アリル、トリメチロールプロパントリ（メタ）アクリレート、ペンタエリスリトールトラ（メタ）アクリレート、フタル酸ジエチレングリコールジ（メタ）アクリレート、カプロラクトン変性ジペンタエリスリトールヘキサ（メタ）アクリレート、カプロラクトン変性ヒドロキシシバリン酸エステルネオペンチルグリコールジ（メタ）アクリレート、ポリエステルアクリレート、ウレタンアクリレート等の（メタ）アクリル酸エステル系単量体、ジビニルベンゼン、ジビニルナフタレンおよびこれらの誘導体である芳香族ジビニル系単量体が挙げられる。中でも、エチレングリコールジ（メタ）アクリレート、ジエチレングリコールジ（メタ）アクリレート、トリエチレングリコールジ（メタ）アクリレート、1,3-ブチレングリコールジ（メタ）アクリレート、1,4-ブタンジオールジ（メタ）アクリレート、1,6-ヘキサジオールジ（メタ）アクリレート等の（メタ）アクリル酸エステル系架橋剤およびカプロラクトン変性ジペンタエリスリトールヘキサアクリレート、カプロラクトン変性ヒドロキシシバリン酸エステルネオペンチルグリコールジ（メタ）アクリレート、ポリエステルアクリレート等が皮膚刺激性が低く、化粧品用途に適しているという点で特に好ましい。これらの架橋性単量体は、それぞれ単独で、または2種以上を組合わせて用いることができる。

【0019】架橋性単量体の使用割合は、全単量体中、0.5~50重量%であるのが好ましい。これらの架橋

(4)

特開2002-265620

5

性単量体は、得られる樹脂粒子に目的の圧縮強度を付与するため、かつ外用剤に配合した場合に、外用剤に好ましい感触（ソフト感、伸び）を付与するために用いられるものであり、最終的に得られる樹脂粒子の圧縮強度が0.01~0.6kgf/mm<sup>2</sup>になるように、(メタ)アクリル酸エステル系単量体および架橋性単量体の組成および配合割合が決められる。

【0020】(メタ)アクリル酸エステル系単量体の重合は、懸濁重合、乳化重合、シード重合または分散重合のいずれでもよく、中でも、本発明の効果が顕著であるという点で、懸濁重合が好ましい。(メタ)アクリル酸エステル系単量体の重合の際には、着色顔料を反応混合物に添加して分散させてもよい。これにより、得られた樹脂粒子と着色顔料とを単に混合した場合に生じる着色顔料の凝集や、乾粉から湿粉に変化して色味が著しく変化することによる色むらを防ぐことができる。

【0021】着色顔料は、(メタ)アクリル酸エステル系単量体の重合反応に用いられる溶媒および単量体組成物に懸濁性のものを使用するのが好ましい。そのような着色顔料としては、例えば酸化チタン、酸化亜鉛、酸化ジルコニウム、酸化マグネシウム、酸化鉄、水酸化鉄、酸化クロム、水酸化クロム、群青、紺青、マンガンバイオレット、群青紫、チタンブラック、カーボンブラック、アルミニウム粉、炭素チタン、オキシ塩化ビスマス、酸化鉄処理雲母チタン、紺青処理雲母チタン、カルミン処理雲母チタン、シリカ、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、硫酸バリウム、ケイ酸バリウム、ケイ酸カルシウム、ケイ酸マグネシウム、リン酸カルシウム、ヒドロキシアパタイト、ゼオライト、アルミナ、タルク、マイカ、ベントナイト、カオリン、セリサイト等の無機顔料、タートラジン、サンセットエローFCF、ブリアントブルーFCF等のアルミニウムレーキ、ジルコニウムレーキ、バリウムレーキ、ヘリンドンピンクCN、リゾールルピンBCA、レーキレッドCBA、フタロシアニンブルー、パーマントオレンジ等の有機顔料等が挙げられる。これら着色顔料は、それぞれ単独で、または2種以上組み合わせて用いることができる。

【0022】着色顔料の使用割合は、樹脂粒子の全重量に対して、1~70重量%が好ましい。着色顔料の使用割合が1重量%を下回ると、着色顔料を配合する効果が極めて低くなるので好ましくない。また、着色顔料の使用割合が70重量%よりも多いと、重合前の分散液を調製する段階で、分散液の粘度が高くなり、樹脂粒子の製造が難しくなるので好ましくない。

【0023】着色顔料は、表面処理剤により表面を疎水化処理した後、重合系に添加してもよい。表面処理剤としては、例えばカルボン酸、スルホン酸、硫酸エステル、リン酸エステル、ホスホン酸およびこれらの塩や、シラン、チタネート、アルミネート等のカップリング剤等が挙げられる。表面処理剤の使用割合は、着色顔料に

5

対して、0.1~30重量%程度が好ましい。

【0024】着色顔料の分散に用いられる装置としては、分散系に十分な分散エネルギーを与えられるものであれば特に限定されず、例えばボールミル、サンドミル、超音波分散機またはホモジナイザー等が挙げられる。(メタ)アクリル酸エステル系単量体の重合の際には、所望により、重合開始剤、分散剤、界面活性剤等を添加してもよい。

【0025】重合開始剤としては、例えば過酸化ベンゾイル、過酸化ラウロイル、過酸化オクタノイル、オルソクロロ過酸化ベンゾイル、メチルエチルケトンパーオキシド、ジイソプロピルパーオキシジカーボネート、クメンハイドロパーオキシド、1-ブチルハイドロパーオキシド等の油溶性過酸化化合物、2,2'-アゾビスイソブチロニトリル、2,2'-アゾビス(2,4-ジメチルバレロニトリル)等の油溶性アゾ化合物等が挙げられる。

【0026】分散剤としては、例えばリン酸カルシウム、ピロリン酸マグネシウム等の難水溶性無機塩、ポリビニルアルコール、メチルセルロース、ポリビニルピロリドン等の水溶性高分子等が挙げられる。

【0027】界面活性剤としては、例えばオレイン酸ナトリウム、ラウリル硫酸ナトリウム、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、アルキルナフタレンスルホン酸塩、アルキルリン酸エステル塩等のアニオン性界面活性剤、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンアルキルアミン、グリセリン脂肪酸エステル等のノニオン性界面活性剤、ラウリルジメチルアミンオキシドのような両性界面活性剤等が挙げられる。

【0028】これらの重合開始剤、分散剤および界面活性剤は、それぞれ単独で、または2種以上を組み合わせ使用することができる。重合開始剤の使用割合は(メタ)アクリル酸エステル系単量体に対して0.01~1重量%程度、分散剤の使用割合は該単量体に対して0.05~10重量%程度、界面活性剤の使用割合は水に対して0.005~0.2重量%程度であるのが好ましい。

【0029】重合反応は、単量体相(例えば、単量体、重合開始剤など)と分散媒相(例えば、水、分散剤、界面活性剤など)とを混合したのち、攪拌しながら昇温して開始させることができる。分散媒相は、単量体相100重量部に対して100~1000重量部用いられる。重合開始温度は40~90℃とするのが好ましい。そして、この温度で保持しながら、一般的に1~10時間程度重合させるのが好ましい。

【0030】樹脂粒子の平均粒子径は、単量体と分散媒相との混合条件および攪拌条件を調節することにより適

(5)

特開2002-265620

7

8

宜調整することができる。単量体相を分散媒相中に微細な液滴で分散させるには、例えばプロペラ翼等の撹拌力によったり、ホモジナイザー、回転羽根と器壁あるいは回転羽根同士のギャップにかかる高シアーを利用した乳化分散機を使用したり、超音波分散機等を用いて分散したり、セラミックマイクロ多孔膜にモノマー水溶液を加圧して通し、分散媒に圧入して行う等の方法を適宜選択することにより行うことができる。

【0031】(メタ)アクリル酸エステル系単量体の重合反応終了後、必要に応じて分散剤を該等で分解してもよい。得られた樹脂粒子の固液分離の工程中および/または工程後に、該樹脂粒子に有機溶剤の水溶液を添加することにより、本発明の目的物である樹脂粒子湿潤物を製造することができる。このとき、該樹脂粒子が水を含んでいる場合は、有機溶剤のみを添加してもよい。具体的には、樹脂粒子を洗浄する工程または濾過する工程の終了後に、あるいは各工程の終了後に有機溶剤またはその水溶液を添加することにより、また、乾燥する工程の終了後に有機溶剤の水溶液を添加することにより樹脂粒子湿潤物を製造することができる。なかでも、乾燥工程を行わず、洗浄工程および/または濾過工程の終了後に有機溶剤またはその水溶液を添加すると、得られる樹脂粒子湿潤物がより優れた分散性を有するので特に好ましい。

【0032】水溶性有機溶剤としては、特に限定されず、例えばエタノール、n-プロパノール、イソプロパノール、ブタノール、イソブタノール等の炭素原子数1〜4程度の低級アルコール、グリセリン、プロピレングリコール、1,3-ブチレングリコール等の多価アルコール、酢酸メチル、酢酸エチル等のエステル、アセトン等のケトンが挙げられる。これらの水溶性有機溶剤の中でも、エタノール、n-プロパノール、イソプロパノール等の低級アルコールが混合時の分散性に優れ、しかも化粧料などに広く一般に使用されており、取り扱いも容易であるので好ましい。なお、樹脂粒子湿潤物を例えば外用剤に配合する場合は、身体に対して非毒性のものが好ましく、さらに、外用剤に配合される成分と同じ有機溶剤を選択すれば、外用剤の組成への影響を回避することができるのでより好ましい。

【0033】有機溶剤水溶液の使用割合は、樹脂粒子100重量部に対し、5重量部以上であり、5〜100重量部が好ましい。有機溶剤水溶液の使用割合が5重量部を下回ると、本発明の樹脂粒子湿潤物を液体あるいは粉体等に混合する際に容易に、かつ均一に分散しないため、長時間かつ強力な機械的撹拌等による混合処理が必要となり、粒子の破碎を生じる恐れがあるので好ましくない。また、有機溶剤水溶液の使用割合が100重量部を上回ると、分散性は良好に発現されるが、増量に伴う効果の向上が見られないばかりか、樹脂粒子湿潤物を配合した後の乾燥に必要な時間やエネルギーが増大するの

で好ましくない。

【0034】有機溶剤水溶液は、有機溶剤の濃度が1〜50重量%程度であるのが好ましい。有機溶剤の濃度が1重量%を下回ると、粒子間の粘性性低減効果が充分ではなく、液体あるいは粉体と混合する際に容易に分散せず、長時間かつ強力な機械的撹拌等による混合処理が必要となり、粒子の破碎が起こる恐れがあるので好ましくない。また、有機溶剤の濃度が50重量%より高いと、樹脂粒子湿潤物の影響が顕著になり、樹脂粒子湿潤物表面の粘性が増加して、樹脂粒子湿潤物同士が合着するため、液体あるいは粉体と混合する際に分散性が悪くなるので好ましくない。

【0035】本発明の有機溶剤水溶液の含有割合は、好ましくは吸引あるいは加圧ろ過装置や濾心ろ過機を用いたろ過工程において、圧力や回転数、処理時間等の機器の運転条件や、ろ過に供される樹脂の量を変えることなどにより、適宜調整することができる。本発明の樹脂粒子湿潤物は、例えば外用医薬品や化粧料等の外用剤への配合成分として用いられる。また、分散性に優れることから、塗料や成形用樹脂組成物への添加剤としても用いられる。

【0036】外用医薬品としては、皮膚に適用するものであれば特に限定されず、例えばクリーム、軟膏剤、乳剤等が挙げられる。化粧料としては、例えば石鹸、ボディシャンプー、洗顔クリーム、スクラブ洗顔料等の洗浄用化粧品、化粧水、クリーム、乳液、パック類、おしろい類、ファンデーション、口紅、リップクリーム、頬紅、眉目化粧品、マニキュア化粧品、洗髪用化粧品、染毛料、整髪料、芳香性化粧品、歯磨き、浴用剤、制汗剤、日焼け止め製品、サンタン製品、ボディパウダー、ベビーパウダー等のボディ用化粧品、ひげ剃り用クリーム、マッサージクリーム、フレッシュブローション、アフターシェーブブローション、ボディローション等のローション等が挙げられるが、本発明の効果が認められるものであれば、何ら制限はない。

【0037】外用剤への樹脂粒子湿潤物の配合量は、1〜50重量%が望ましい。樹脂粒子湿潤物の配合量が1重量%を下回ると、配合効果が明確に認められず、また樹脂粒子湿潤物の配合量が50重量%より多いと、それ以上配合量を増加しても効果の増進が認められないため好ましくない。

【0038】本発明の樹脂粒子湿潤物は、液体あるいは粉体と均一に分散するため、外用剤に優れたソフト感を付与するとともに、より一層滑らかな使用感を付与することができる。このような効果が顕著に表れる点から、本発明の樹脂粒子湿潤物は、化粧料に特に好適に用いられる。

【0039】本発明の樹脂粒子湿潤物を粉体系の化粧料に配合する場合は、樹脂粒子湿潤物および粉体をミキサー等で十分に撹拌した後、加熱等により水および有機溶

剤が除去される。本発明の樹脂粒子湿潤物には、本発明の効果を損なわない範囲で、化粧品に一般に用いられている成分を目的に応じて適宜配合することができる。そのような成分として、例えば水、低級アルコール、油脂およびロウ類、炭化水素、高級脂肪酸、高級アルコール、ステロール、脂肪酸エステル、金属石鹸、保湿剤、界面活性剤、高分子化合物、色材原料、香料、防曇・殺菌剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤、特殊配合成分が挙げられる。

【0040】低級アルコールとしては、例えばエタノール、プロパノール等が挙げられる。油脂およびロウ類としては、例えばアボカド油、アーモンド油、オリーブ油、カカオ脂、牛脂、ゴマ脂、小麦胚芽油、サフラワー油、シアバター、タートル油、鰯油、パーシックス油、ひまし油、ブドウ油、マカダミアナッツ油、ミンク油、卵黄油、モクロウ、ヤシ油、ローズヒップ油、硬化油、シリコン油、オレンジラフィー油、カルナバロウ、キャンデリラロウ、鯨ロウ、ホホバ油、モンタンロウ、ミツロウ、ラノリン等が挙げられる。

【0041】炭化水素としては、例えば流動パラフィン、ワセリン、パラフィン、セレシン、マイクロクリスタリンワックス、スクワラン等が挙げられる。高級脂肪酸としては、例えばラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、オレイン酸、ベヘニン酸、ウンデシレン酸、オキシステアリン酸、リノール酸、ラノリン脂肪酸、合成脂肪酸等が挙げられる。

【0042】高級アルコールとしては、例えばラウリルアルコール、セチルアルコール、セトステアリルアルコール、ステアリルアルコール、オレイルアルコール、ヘニルアルコール、ラノリンアルコール、水素添加ラノリンアルコール、ヘキシルデカノール、オクチルデカノール、イソステアリルアルコール、ホホバアルコール、デシルテトラデカノール等が挙げられる。ステロールとしては、例えばコレステロール、ジヒドロコレステロール、フィトコレステロール等が挙げられる。

【0043】脂肪酸エステルとしては、例えばリノール酸エチル、ミリスチン酸イソプロピル、ラノリン脂肪酸イソプロピル、라우リン酸ヘキシル、ミリスチン酸ミリスチル、ミリスチン酸セチル、ミリスチン酸オクタチルドデシル、オレイン酸デシル、オレイン酸オクタチルドデシル、ジメチルオクタン酸ヘキシルデシル、オクタン酸セチル、イソオクタン酸セチル、パルミチン酸デシル、トリミリスチン酸グリセリン、トリカプリル酸グリセリン、トリカプリン酸グリセリン、ジオレイン酸プロピレングリコール、トリスステアリン酸グリセリン、トリエソオクタン酸グリセリン、乳酸セチル、乳酸ミリスチル、リンゴ酸ジイソステアリルやイソステアリン酸コレステリル、12-ヒドロキシステアリン酸コレステリル等の環状アルコール脂肪酸エステル等が挙げられる。

【0044】金属石炭としては、例えばラウリン酸亜 50

鉛、ミリスチン酸亜鉛、ミリスチン酸マグネシウム、パ  
ルミチン酸亜鉛、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸アル  
ミニウム、ステアリン酸カルシウム、ステアリン酸マグ  
ネシウム、ウンデシレン酸亜鉛等が挙げられる。保湿剤  
としては、例えばグリセリン、プロピレングリコール、  
1, 3-ブチレングリコール、ポリエチレングリコー  
ル、d-ピロリドンカルボン酸ナトリウム、乳酸ナト  
リウム、ソルビトール、ヒアルロン酸ナトリウム、ポリ  
グリセリン、キシリット、マルチトール等が挙げられ  
る。

【0045】界面活性剤としては、例えば高級脂肪酸石鹸、高級アルコール硫酸エステル、N-アシルグルタミン酸塩、リン酸エステル塩、アルキル硫酸エステル塩等のアニオン性界面活性剤、アミン塩、第4級アンモニウム塩等のカチオン性界面活性剤、ペタイン型、アミノ酸型、イミダゾリン型、レシチン等の両性界面活性剤、脂肪酸モノグリセリド、プロピレングリコール脂肪酸エステル、ポリビタン脂肪酸エステル、蔗糖脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、アルキルアルカノールアミド、酸化エチレン縮合物等の非イオン性界面活性剤等が挙げられる。

【0046】高分子化合物としては、例えばアラビアゴム、トラガントガム、グアーガム、ローカストビーンガム、カラヤガム、アイリスモス、クインスシード、ゼラチン、セラック、ロジン、カゼイン等の天然高分子化合物、カルボキシメチルセルロースナトリウム、ヒドロキシエチルセルロース、メチルセルロース、エチルセルロース、アルギン酸ナトリウム、エステルガム、ニトロセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース、結晶セルロース等の半合成高分子化合物、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、ポリアクリル酸ナトリウム、カルボキシビニルポリマー、ポリビニルメチルエーテル、ポリアミド樹脂、シリコーン油、ナイロン粒子、ポリメタクリル酸メチル粒子、架橋ポリスチレン粒子、シリコン粒子、ウレタン粒子、ポリエチレン粒子等の樹脂粒子等の合成高分子化合物等が挙げられる。

【0047】色材原料としては、例えば酸化鉄、群青、  
 コンジョウ、酸化クロム、水酸化クロム、カーボンブラ  
 ック、マンガンバイオレット、酸化チタン、酸化亜鉛、  
 タルク、カオリン、マイカ、炭酸カルシウム、炭酸マグ  
 ネシウム、雲母、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸バリウ  
 ム、ケイ酸カルシウム、ケイ酸マグネシウム、シリカ、  
 ゼオライト、硫酸バリウム、焼成硫酸カルシウム（焼セ  
 ッコウ）、リン酸カルシウム、ヒドロキシアパタイト、  
 セラミックパウダー等の無機顔料、アゾ系、ニトロ系、  
 ニトロソ系、キサンテン系、キノリン系、アントラキノ  
 リン系、インゴ系、トリフェニルメタン系、フタロシ  
 アニン系、ピレン系等のタール色素等が挙げられる。

【0048】これら高分子化合物や色材原料などの粉体原料は、あらかじめ表面処理が施されていてもよい。表



特開2002-265620

(7)

11

12

面処理方法としては従来公知の表面処理技術が利用でき、例えば、炭化水素油、エステル油、ラノリン等による油剤処理、ジメチルポリシロキサン、メチルヒドロジェンポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン等によるシリコーン処理、パーフルオロアルキル基含有エステル、パーフルオロアルキルシラン、パーフルオロポリエーテルおよびパーフルオロアルキル基を有する重合体等によるフッ素化合物処理、γ-メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン、γ-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン等によるシランカップリング剤処理、イソプロピルトリオステアロイルチタネート、イソプロピルトリス(ジオクチルパイロホスフェート)チタネート等によるチタンカップリング剤処理、金属石鹸処理、アシルグルタミン酸等によるアミノ酸処理、水添卵黄レシチン等によるレシチン処理、コラーゲン処理、ポリエチレン処理、保湿性処理、無機化合物処理、メカノケミカル処理等の処理方法が挙げられる。

【0049】香料としては、例えばラベンダー油、ペパーミント油、ライム油等の天然香料、エチルフェニルアセテート、ゲラニオール、p-terti-ブチルシクロヘキシルアセテート等の合成香料等が挙げられる。防腐・殺菌剤としては、例えばメチルパラベン、エチルパラベン、プロピルパラベン、ベンザルコニウム、ベンゼトニウム等が挙げられる。

【0050】酸化防止剤としては、例えばジブチルヒドロキントルエン、ブチルヒドロキシアニソール、没食子酸プロピル、トコフェロール等が挙げられる。紫外線吸収剤としては、例えば微粒子酸化チタン、微粒子酸化亜鉛、微粒子酸化セリウム、微粒子酸化鉄、微粒子酸化ジルコニウム等の無機系吸収剤、安息香酸系、パラアミノ安息香酸系、アントラニル酸系、サルチル酸系、桂皮酸系、ベンゾフェノン系、ジベンゾイルメタン系等の有機系吸収剤が挙げられる。

【0051】特殊配合成分としては、例えばエストラジオール、エストロン、エチニルエストラジオール、コルチゾン、ヒドロコルチゾン、プレドニゾン等のホルモン類、ビタミンA、ビタミンB、ビタミンC、ビタミンE等のビタミン類、クエン酸、酒石酸、乳酸、塩化アルミニウム、硫酸アルミニウム・カリウム、アラントインクロロヒドロキシアルミニウム、パラフェノールスルホン酸亜鉛、硫酸亜鉛等の皮膚収斂剤、カンタリスチンキ、トウガラシチンキ、ショウキョウチンキ、センブリエキス、ニンニクエキス、ヒノキチオール、塩化カルプロニウム、ペンタデカン酸グリセリド、ビタミンE、エストロゲン、感光素等の発毛促進剤、リン酸-レ-アスコルビン酸マグネシウム、コウジ酸等の美白剤等が挙げ\*

\*られる。

【0052】

【実施例】以下、本発明を実施例により説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

【0053】〔評価方法〕本発明の樹脂粒子湿潤物の分散性評価は、液体および粉体に混合する際に、それぞれ次の方法で評価した。

【0054】(液体への分散性の評価) 直径175mm、高さ215mmの円筒状ステンレス製容器であって、円形の底面から3cmの高さに垂直方向を軸とする直径88mmの3枚翼プロペラ状の攪拌翼を有する混合用容器に、樹脂粒子500gを含む樹脂粒子湿潤物と脱イオン水とを総量が3kgになるように入れ、回転数195rpmで攪拌して混合した。採取試料を倍率100倍の拡大投影機で目視観察することにより、粒子が一つ一つに解れて均一に分散するまでの時間を測定し、次の基準で判定した。

◎：1分以内に均一に分散する

○：1分を超えるが2分以内には均一に分散する

△：2分を超えるが10分以内には均一に分散する

×：10分を超えても分散しない

【0055】(粉体への分散性の評価) ヘンシェルミキサー(エフ・エム・アイ社製、商品名：ロボ・クープ、内容積2リットル、攪拌翼直径165mm)に、タルク160gと樹脂粒子40gを含む樹脂粒子湿潤物とを入れ、回転数1500rpmで攪拌して混合した。採取試料を倍率100倍の拡大投影機で目視観察することにより、粒子が一つ一つに解れて均一に分散するまでの時間を測定し、次の基準で判定した。

◎：1分以内に均一に分散する

○：1分を超えるが2分以内には均一に分散する

△：2分を超えるが10分以内には均一に分散する

×：10分を超えても分散しない

【0056】(パウダーファンデーションの評価) 製造されたパウダーファンデーションをパネラー10名による官能試験で評価した。この試験における評価項目として、ソフト感、伸び、滑らかさ、皮膚への付着性の4項目を選び、次のような基準で5段階の評価点を付し、10名の評価点の平均値をとった。

1：悪い

2：やや悪い

3：普通

4：やや良い

5：良い

【0057】

実施例1

(油相)

アクリル酸エチル

90重量部

1, 6-ヘキサジオールジメタクリレート

10重量部

(8)

特開2002-265620

13

過酸化ベンゾイル

(水相)

脱イオン水

ポリビニルアルコール (鹸化度85%)

ラウリル硫酸ナトリウム

【0058】特殊酸化製の卓上型TKホモミキサー (回転数6000rpm) により、上記の油相を水相に分散させた後、この分散液を、攪拌機および温度計を備えた重合反応器に入れ、60℃で6時間攪拌を続けて懸濁重合を完了した。冷却後、懸濁液を篩にかけて粗大粒子を取り除き、懸濁液の1/10を量り取り、吸引ろ過による脱液に次いで、加水とろ過を数回繰り返して洗浄し、洗浄終了直前から洗浄水を20重量%エタノール水溶液に代えてろ過する操作を数回繰り返して、最後のろ過を行った後30分間吸引を続けた。これにより、エタノール水溶液を含有するケーキ状のアクリル酸エチル樹脂粒子湿潤物を得た。樹脂粒子湿潤物に含まれる架橋アクリル酸エチル樹脂粒子の圧縮強度は0.15kgf/cm<sup>2</sup>であり、平均粒子径は8.3μmであった。また、樹脂粒子湿潤物のエタノール水溶液の含有量は、樹脂粒子湿潤物をオーブン中105℃で2時間乾燥したときの乾燥前後の重量差より13.4重量%と算出された。また、エタノール水溶液中のエタノール濃度は、樹脂粒子湿潤物のガスクロマトグラフィー測定結果より19.3重量%と算出された。

【0059】この実施例により得られたケーキ状の樹脂粒子湿潤物は、液体への混合においても、粉体への混合においても、ケーキが容易に崩れて素早く分散し、優れた分散性を示した。なお、樹脂粒子湿潤物の仕様および分散性の評価結果をまとめて表1に示す。

## 【0060】実施例2

重合反応後の懸濁液の1/20を量り取り、最後のろ過を行った後60分間吸引した以外は、実施例1と同様にして、エタノール水溶液を含有するケーキ状のアクリル酸エチル樹脂粒子湿潤物を得た。この樹脂粒子湿潤物は、エタノール水溶液の含有量が5.6重量%であり、エタノール濃度が18.7重量%であった。樹脂粒子湿潤物の仕様および分散性の評価結果をまとめて表1に示す。

## 実施例7

(油相)

アクリル酸エチル

1,6-ヘキサジオールジメタクリレート

過酸化ベンゾイル

(水相)

脱イオン水

ポリビニルアルコール (鹸化度85%)

ラウリル硫酸ナトリウム

【0066】上記の油相を水相に分散させた後、この分散液を、攪拌機および温度計を備えた重合反応器に入れ、60℃で6時間攪拌を続けて懸濁重合を完了した。

14

0.5重量部

400重量部

8重量部

0.04重量部

\*す。

## 【0061】実施例3

重合反応後の懸濁液の1/5を量り取り、最後のろ過を行った後15分間吸引した以外は、実施例1と同様にして、エタノール水溶液を含有するケーキ状のアクリル酸エチル樹脂粒子湿潤物を得た。この樹脂粒子湿潤物は、エタノール水溶液の含有量が33.1重量%であり、エタノール濃度が18.5重量%であった。樹脂粒子湿潤物の仕様および分散性の評価結果をまとめて表1に示す。

## 【0062】実施例4

20重量%エタノール水溶液を45重量%エタノール水溶液に変更した以外は、実施例1と同様にして、アクリル酸エチル樹脂粒子湿潤物を得た。この樹脂粒子湿潤物は、エタノール水溶液の含有量が14.2重量%であり、エタノール濃度が44.3重量%であった。樹脂粒子湿潤物の仕様および分散性の評価結果をまとめて表1に示す。

## 【0063】実施例5

20重量%エタノール水溶液を3重量%エタノール水溶液に変更した以外は、実施例1と同様にして、アクリル酸エチル樹脂粒子湿潤物を得た。この樹脂粒子湿潤物は、エタノール水溶液の含有量が15.6重量%であり、エタノール濃度が2.7重量%であった。樹脂粒子湿潤物の仕様および分散性の評価結果をまとめて表1に示す。

## 【0064】実施例6

20重量%エタノール水溶液を10重量%1,3-ブチレングリコール水溶液に代えた以外は、実施例1と同様にして、アクリル酸エチル樹脂粒子湿潤物を得た。この樹脂粒子湿潤物は、1,3-ブチレングリコール水溶液の含有量が14.7重量%であり、1,3-ブチレングリコール濃度が9.1重量%であった。樹脂粒子湿潤物の仕様および分散性の評価結果をまとめて表1に示す。

## 【0065】

冷却後、分級、洗浄を行い、懸濁液の1/10を量り取り、吸引ろ過による脱液に次いで、加水とろ過を数回繰り返して洗浄を行い、洗浄終了直前から洗浄水を20重

(9)

特開2002-265620

15

量%アセトン水溶液に代えてる過する操作を数回繰り返す。最後のろ過を行った後30分間吸引を続けた。これにより、アセトン水溶液を含有するケーキ状のアクリル酸エチル樹脂粒子湿潤物を得た。樹脂粒子湿潤物に含まれる架橋アクリル酸エチル樹脂粒子の圧縮強度は0.17 kgf/mm<sup>2</sup>であり、平均粒子径は86 μmであつ \*

## 実施例8

(油相)

アクリル酸エチル

60重量部

メタクリル酸ブチル

30重量部

テトラエチレングリコールジメタクリレート

10重量部

過酸化ベンゾイル

0.5重量部

(水相)

脱イオン水

400重量部

第三リン酸カルシウム

10重量部

ラウリル硫酸ナトリウム

0.08重量部

【0068】特殊緩化製の卓上型TKホモミキサー（回転数1300rpm）により、上記の油相を水相に分散させた後、この分散液を、攪拌機および温度計を備えた重合反応器に入れ、60℃で6時間攪拌を続けて懸濁重合を完了した。冷却後、この懸濁液に塩酸を加えて分散剤を分解した後、分級、洗浄を行い、懸濁液の1/10を量り取り、吸引ろ過による脱液に次いで加水とろ過を数回繰り返す洗浄を行い、洗浄終了直前から洗浄水を20重量%イソプロピルアルコール水溶液に代えてる過する操作を数回繰り返す。最後のろ過を行った後30分※

## 実施例9

(油相)

アクリル酸エチル

95重量部

1. 6-ヘキサジオールジメタクリレート

5重量部

2. 2'-アゾビス（2,4-ジメチルバレロニトリル）

0.5重量部

(水相)

脱イオン水

400重量部

緩分解法ピロリン酸マグネシウム

10重量部

ラウリル硫酸ナトリウム

0.08重量部

【0070】特殊緩化製の卓上型TKホモミキサー（回転数800rpm）により、上記の油相を水相に分散させた後、この分散液を、攪拌機および温度計を備えた重合反応器に入れ、60℃で6時間攪拌を続けて懸濁重合を完了した。冷却後、この懸濁液に塩酸を加えて分散剤を分解した後、分級、洗浄を行い、懸濁液の1/10を量り取り、吸引ろ過による脱液に次いで加水とろ過を数回繰り返す洗浄を行い、洗浄終了直前から洗浄水を20重量%エタノール水溶液に代えてる過する操作を数回繰り返す。最後のろ過を行った後30分間吸引を続けた。これにより、エタノール水溶液を含有するケーキ状のアクリル酸エチル樹脂粒子湿潤物を得た。樹脂粒子湿潤物に含まれる樹脂粒子の圧縮強度は0.06 kgf/mm<sup>2</sup>であり、平均粒子径は8.1 μmであった。また、樹脂粒子湿潤物は、エタノール水溶液の含有量が1

16

※た、また、樹脂粒子湿潤物は、アセトン水溶液の含有量が12.9重量%であり、アセトン濃度が19.5重量%であった。樹脂粒子湿潤物の仕様および分散性の評価結果をまとめて表1に示す。

【0067】

※間吸引を続けた。これにより、イソプロピルアルコール水溶液を含有するケーキ状の（アクリル酸エチル-メタクリル酸ブチル）樹脂粒子湿潤物を得た。樹脂粒子湿潤物に含まれる樹脂粒子の圧縮強度は0.51 kgf/mm<sup>2</sup>であり、平均粒子径は2.5 μmであった。また、樹脂粒子湿潤物は、イソプロピルアルコール水溶液の含有量が14.8重量%であり、イソプロピルアルコール濃度が19.7重量%であった。樹脂粒子湿潤物の仕様および分散性の評価結果をまとめて表1に示す。

【0069】

4. 1重量%であり、エタノール濃度が19.4重量%であった。樹脂粒子湿潤物の仕様および分散性の評価結果をまとめて表1に示す。

【0071】比較例1

40 濾過工程終了後、反応生成物を、エタノール水溶液の含有量が0.8重量%になるまで乾燥した以外は、実施例1と同様にして、アクリル酸エチル樹脂粒子湿潤物を得た。この湿潤物の仕様および分散性の評価結果をまとめて表1に示す。

【0072】比較例2

20重量%エタノール水溶液を水に代えた以外は、実施例1と同様にして、アクリル酸エチル樹脂粒子湿潤物を得た。この湿潤物は、水の含有量が14.4重量%であった。樹脂粒子湿潤物の仕様および分散性の評価結果をまとめて表1に示す。

(10)

特開2002-265620

17

18

【0073】

\* \* 【表1】

	樹脂粒子湿潤物					分散性評価結果	
	樹脂粒子		含有される水性溶剤水溶液			液体混合	粉体混合
	圧縮強度 (kg/cm <sup>2</sup> )	平均粒子径 ( $\mu$ m)	水性溶剤種類	溶剤濃度 (重量%)	含有水溶液量 (重量%)		
実施例1	0.15	8.3	エタノール	19.3	13.4	◎	◎
実施例2	0.15	8.3	エタノール	18.7	5.6	○	○
実施例3	0.15	8.3	エタノール	18.5	33.1	◎	◎
実施例4	0.15	8.3	エタノール	44.3	14.2	○	○
実施例5	0.15	8.3	エタノール	2.7	15.6	○	○
実施例6	0.15	8.3	1,3-ブチレンジオール	9.1	14.7	○	○
実施例7	0.17	8.6	アセトン	19.5	12.9	◎	◎
実施例8	0.51	2.5	1,3-ブチレンジオール	19.7	14.8	◎	◎
実施例9	0.96	8.1	エタノール	19.4	14.1	◎	○
比較例1	0.15	8.3	エタノール	5.8	0.8	×	×
比較例2	0.15	8.3	水	—	15.3	×	×

【0074】表1に示されるように、本発明の樹脂粒子湿潤物（実施例1～9）は、液体や粉体に混合する際に、極めて容易に、かつ良好に分散することが分かった。これに対して、比較例1で得られる樹脂粒子湿潤物は有機溶剤水溶液の含有量が本発明の範囲外であり、ま

※た比較例2で得られる樹脂粒子湿潤物は有機溶剤を含まないから、いずれも分散性が劣る。

【0075】【化粧料の製造】

（パウダーファンデーションの製造）

【0076】

実施例10

樹脂粒子湿潤物（実施例1）

15重量部

タルク

47重量部

セリサイト

17重量部

酸化チタン

10重量部

赤色酸化鉄

0.6重量部

黄色酸化鉄

1重量部

黒色酸化鉄

0.1重量部

流動パラフィン

2重量部

ミリスチン酸オクチルデシル

3.5重量部

イソステアリン酸ソルビタン

0.5重量部

2-オクチルドデカノール

3.0重量部

防腐剤

適量

香料

適量

【0077】実施例1で得られたアクリル酸エチル樹脂粒子湿潤物、タルク、セリサイト、酸化チタン、赤色酸化鉄、黄色酸化鉄および黒色酸化鉄をヘンシェルミキサーで混合した後、加熱してエタノール水溶液を除去した。次いで、流動パラフィン、ミリスチン酸オクチルデシル、イソステアリン酸ソルビタン、2-オクチルドデカノールおよび防腐剤を混合溶解したものを加えて均一に混合した。さらに、香料を加えて混合した後、粉碎して篩に通して粉体を得た。この粉体を、金皿に圧縮成型してパウダーファンデーションを製造した。このパウダーファンデーションの評価結果を表2に示す。

【0078】比較例3

アクリル酸エチル樹脂粒子湿潤物（実施例1）を、比較★

実施例11

★例1で得られた乾燥アクリル酸エチル樹脂粒子に代えた以外は、実施例10と同様にして、パウダーファンデーションを得た。このパウダーファンデーションの評価結果を表2に示す。

【0079】比較例4

樹脂粒子湿潤物（実施例1）を、有機溶剤水溶液を含まない市販のメタクリル酸メチル樹脂粒子（平均粒子径8.1 $\mu$ m）に代えた以外は、実施例10と同様にして、パウダーファンデーションを得た。このパウダーファンデーションの評価結果を表2に示す。

（乳液の製造）

【0080】

(11)

特開2002-265620

19

20

(油相)

スクワラン

5重量部

ワセリン

2重量部

ミツロウ

0.5重量部

ソルビタンセスキオレイン酸エステル

0.8重量部

ポリオキシエチレンオレイルエーテル(20EO)

1.2重量部

(水相)

精製水

54.9重量部

樹脂粒子湿潤物(実施例1)

15重量部

エタノール

5重量部

プロピレングリコール

5重量部

酸化チタン

10重量部

(その他)

カルボキシビニルポリマー(1%水溶液)

10重量部

水酸化カリウム

0.05重量部

防腐剤・酸化防止剤

適量

香料

0.5重量部

【0081】上記の油相および水相をそれぞれ70℃に加熱して溶解し、油相を攪拌しながら徐々に水相に加えて予備乳化を行った後、カルボキシビニルポリマー水溶液を加えて均一に混合した。これに水酸化カリウムを加えて中和した後、ホモミキサーにより均一に乳化させた。その後、防腐剤、酸化防止剤および香料を加えて均一に混合し、30℃まで冷却して乳液を得た。この乳液の評価結果を表2に示す。

【0082】

【表2】

	ソフト感	伸び	滑らかさ	皮膚付着性
実施例10	4.3	4.0	4.0	4.6
実施例11	4.1	4.3	4.1	4.4
比較例3	2.5	2.1	2.2	2.3
比較例4	1.5	3.8	2.8	2.1

【0083】表2に示されるように、本発明の樹脂粒子湿潤物を用いて製造された化粧料(実施例10および11)は、樹脂粒子湿潤物の柔軟性によるソフト感等に加え、樹脂粒子湿潤物の分散が極めて良好であることによる使用時の伸び、滑らかさおよび皮膚付着性に優れていることが分かった。これに対して、比較例4で得られた\*

\*パウダーファンデーションは本発明の規定範囲外の量の有機溶剤水溶液を含有する樹脂粒子湿潤物を含むため、また比較例4で得られたパウダーファンデーションは、有機溶剤水溶液を含有しない樹脂粒子を含むため、ともに好ましくない結果を示した。

【0084】(塗料の製造)

実施例12

実施例1で得られた樹脂粒子湿潤物20重量部、アクリル樹脂20重量部および水を混合して塗料を製造した。この塗料をプラスチック板に塗装して100℃で乾燥させたところ、ソフト感があり、かつ表面が滑らかな塗膜が得られた。

30 【0085】

【発明の効果】特定の圧縮強度を有する架橋(メタ)アクリル酸エステル系樹脂粒子に、特定量の有機溶剤水溶液を含有させてなる本発明の(メタ)アクリル酸エステル系樹脂粒子湿潤物は、水などの液体や、無機または有機粉体への配合時に、極めて容易に、かつ良好に分散する。また、本発明の(メタ)アクリル酸エステル系樹脂粒子湿潤物を配合してなる外用剤は、ソフト感ならびに優れた分散性による伸び、滑らかさ等の優れた触感を値える。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.

識別記号

F1

5-77007 (参考)

C08L 33/04

C08L 33/04

(12)

特開2002-265620

F ターム(参考) 4C083 AA082 AB032 AB232 AB242  
AB432 AC012 AC022 AC092  
AC102 AC122 AC182 AC352  
AC442 AD091 AD092 CC05  
CC12 DD21 DD31 EE06 EE07  
FF01  
4F070 AA32 AC36 AC39 AC43 AE28  
DA50 DC16  
4J002 BG041 BG051 BG061 EC036  
EC046 EC056 EE036 EH036  
FD090 FD200 FD310

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☒ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☒ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☒ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**